DSD-TEA 取扱説明書

Diffusive Sampling Device for Acid Gases

(Version 2.0)

使用時の注意事項

注意

・　空気捕集以外の目的に使用しないで下さい。
・　DSD-TEA サンプラーを小児が触れることが出来ない場所に設置して下さい。

危険

食べたり飲んだりすることはできません。誤って DSD-TEA サンプラーに充填されている充填剤に触れた場合は，速やかに石鹸と水で洗い流してください。また，充填物がこぼれてしまった場合は，ゴム手袋を着用し，掃き集め，袋に入れて破棄してください。万が一飲み込んでしまった場合は，水で口をすすぎ，速やかに医師の診察を受けてください。

※　取扱説明書は更新される時があります。
※　最新の取扱説明書は下記のインターネットよりダウンロードして下さい。
URL: http://www.sigma-aldrich.com/japan

※注意事項

・本製品は，予告なくその仕様及び価格を変更することがあります。
・記載の内容は弊社等での実験結果にもとづくものであります。ご使用の際にはあらかじめ十分にご検討の上ご使用下さい。
・本製品に不都合がありました場合，弊社へご連絡下さい。不良品等に付きましては交換させて頂きます。但し，データや測定費用等の保証に付きましては責任を負いかねます。

目次

1．DSD-TEA サンプラー

スペルコのDSD-TEAサンプラーをご購入頂き誠に有り難うございます。このサンプラーは，拡散フィルター（小さな空隙を有する多孔性ポリマーフィルター）を用いた酸性ガス捕集用デフューシブサンプラー(Diffusive Sampler)で，ポンプを必要とせず誰にも簡単にサンプリングが可能です。又ポンプを用いればアクティブサンプラーとしても使用できます。

測定原理

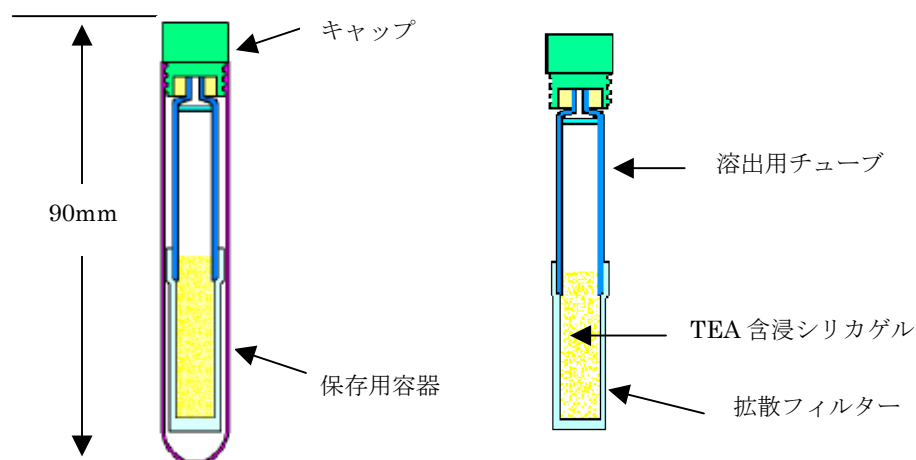
拡散フィルター部から分子拡散により入り込むNO_2やSO_2等の酸性ガスがトリエタノールアミン(TEA)含浸シリカゲルにトラップさます。それらを水で溶出し，イオンクロマトグラフィー又はザルツマン法による吸光度法で測定します。

仕　様

吸着剤：10% TEA 含浸シリカゲル 250 mg
粒子径：105-210µm,球形シリカゲル
バックグランド：

NO_2^- ＜0.1µg/cartridge
NO_3^- ＜0.5µg/ cartridge
SO_4^{2-} ＜0.3µg/ cartridge
Cl^-　＜1.0µg/ cartridge

保存方法：遮光，室温保存

製品構成と名称

２．DSD-TEAサンプラーのNO_2捕集速度

捕集速度は，同じ拡散フィルターを用いているDSD-DNPH（アルデヒドケトン類捕集用）サンプラーのホルムアルデヒド捕集速度 71.9 mL/min（25℃，1 気圧）を基にグレアムの法則（ガス流束は分子量の平方根に反比例する）から算出できます[1)]。

NO_2の捕集速度

$$= 71.9 \times \sqrt{\frac{M_{HCHO}}{M_{NO2}}}$$

= 58.1 mL/min

M_{HCHO}: ホルムアルデヒドの分子量 30.03
M_{NO2}:二酸化窒素の分子量 46.01

1) Uchiyama, S.; Aoyagi, S.; Ando, M. *Atmos. Environ.* 2004, *38*, 6319-6326.

３．サンプリング方法

⑴ DSD-TEA サンプラーの入った袋の上端部をハサミでカットします。
⑵ DSD-TEA サンプラーを，アルミ製保存袋より取出します。
⑶ DSD-TEA サンプラーを測定場所に下記の方法等で設置します。

・*天井から吊るす場合：*

カラーコード（Cat.No.000J004）などを用い，DSD-TEA サンプラーのキャップにたこ糸などのひもを付け，画鋲等を用い天井から吊るします。

・*個人暴露の場合：*

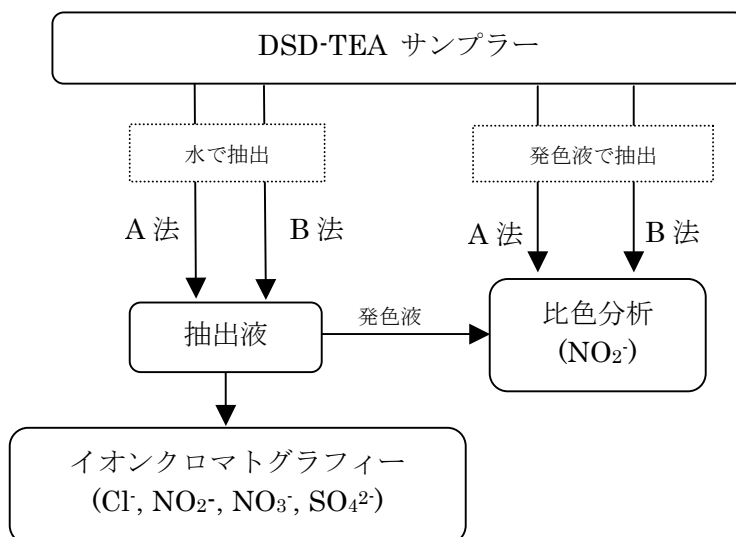
胸ポケットや衣服等に取り付ける場合，DSD-TEA サンプラーを携帯用ホルダー(Cat.No.28222-U)に取り付け別売りの Lapel クリップ(Cat.No.21019-U)を用い，衣服にクリップで留めます。

(4) 拡散フィルター部を下に向け，TEA 含浸シリカが拡散フィルター内に移行している事を確認して下さい。次に DSD-TEA サンプラーから保存用容器を外して下さい。この時のサンプリング開始時刻を記録します。

(5) 所定時間サンプラーを放置します。サンプリング時には拡散フィルター部に触れないで下さい。

(6) DSD-TEA サンプラーを保存容器に入れ，サンプリングを終了します。この時のサンプリング終了時刻を記録して下さい。 直ちに分析しない場合は，アルミ製保存袋に入れ密閉保存して下さい。

４．分析法フロー

DSD-TEAで捕集されたNO_2^-の分析方法は，下記の分析フローに示すようにイオンクロマトグラフィー法とザルツマン試薬を用いた発色法があります。抽出方法には水で抽出する方法と，発色液で抽出する２つの方法があります。イオンクロマトグラフィーではCl^-, NO_2^-, NO_3^-, SO_4^{2-}を，又ザルツマン法ではNO_2の測定ができます。

抽出方法

A 法（バッチ法）:

TEA シリカゲルを試験管等の容器に移し, そこに水や発色試薬を加え抽出し，上澄を IC 又は比色分析を行う。

B 法(溶出用チーブからの抽出法) :

DSD-TEA サンプラー中の TEA シリカゲルを溶出用チューブ側に移動後，拡散フィルターを外します。純水又は発色液を満たしたシリンジを溶出用チューブに接続し抽出する。

５. イオンクロマトグラフィー法

５. 1．試薬の調整方法

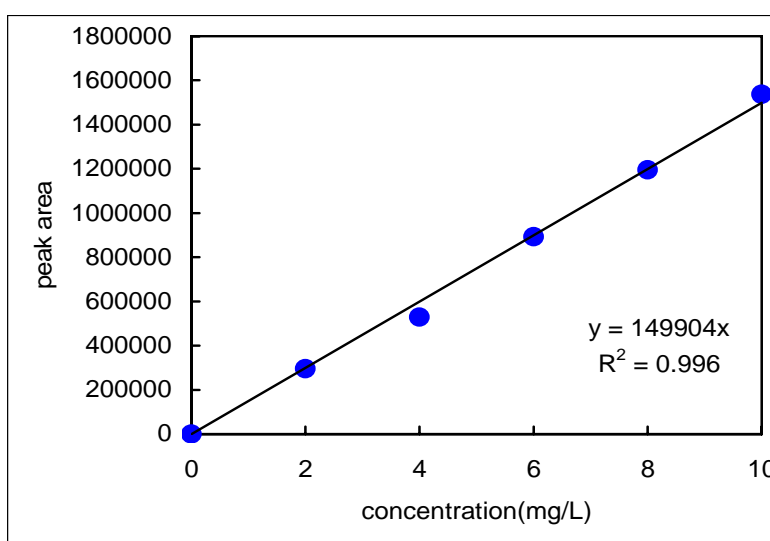
(1) NO_2標準原液(1000 μg/mL)の調整

105-110℃で 3 時間乾燥した亜硝酸ナトリウム(特級 98.5%) 1.5226 g を精秤し，純水に溶かし１L にします。

(2) NO_2標準溶液(10 μg/mL)の調整

標準原液(1000 μg/mL)10 mL をメスフラスコにとり，純水で 100 mL に定容し 100 μg/mL 溶液を調整します。この溶液から 10 mL を 100 mL メスフラスコに分取し，100 mL に定容します。

５．２． 検量線の作成

10 mLのメスフラスコにNO_2標準溶液(10 μg/mL) を 0～1 mL段階的にとり，水で 10mLに調整します。この標準溶液を用い検量線を作成します。

５．３． 抽出方法

抽出方法には，溶出用チューブからの抽出する方法とバッチ法の２方法があります。

(1) 溶出用チューブからの抽出法

DSD-TEAの拡散フィルターを上向きにして取り外し，純水を満たしたシリンジを溶出用チューブに接続します。2 mL/min程度の流速で 5～10 mL抽出させ，抽出液を試験溶液V_s(mL)とします。

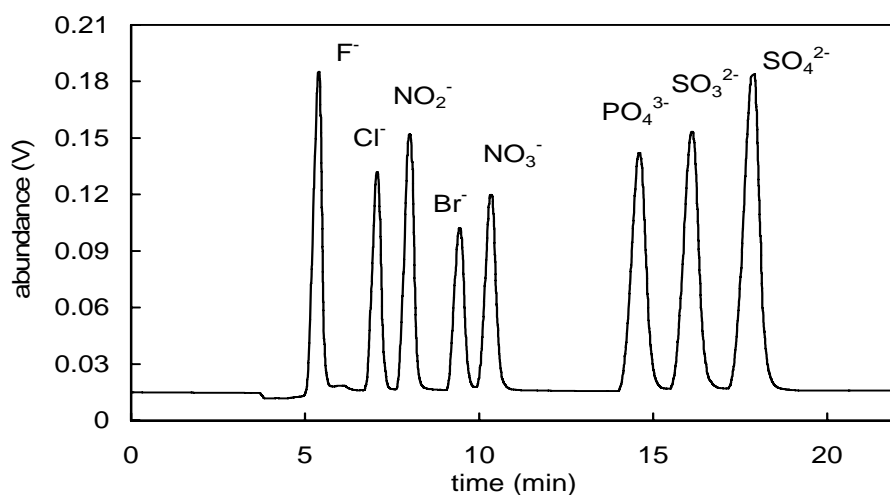
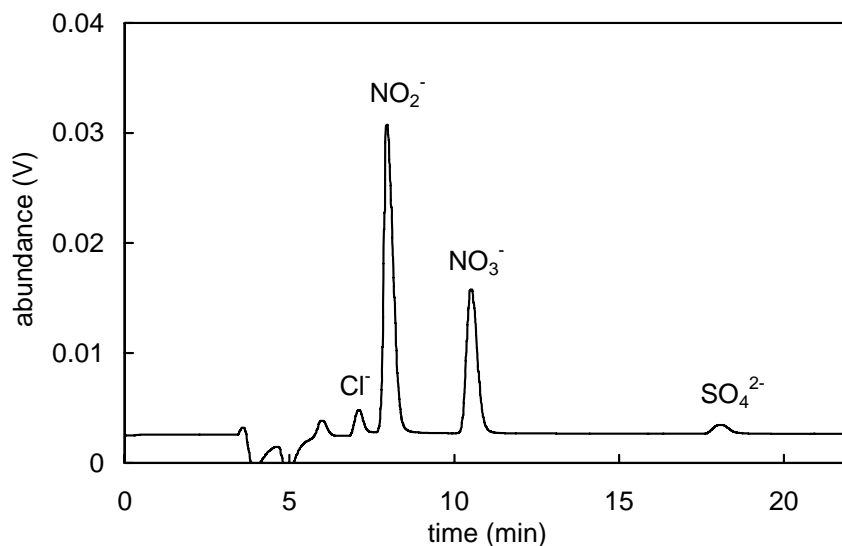
(2) バッチ法

DSD-TEAの拡散フィルターを上向きにして取り外し，抽出用チューブ内の充填剤を 10 mLのバイアルに移します。純水を 5～10 mL程度加え，1 分間振とうします。30 分静置し，上澄液を試験溶液V_s(mL)とします。

５．４．IC 分析条件

イオンクロマトグラフィーの代表的な条件は下記の通りです。

カラム：Gelpack GL-IC-A25 4.6×150mm, 5μm
溶離液：4mM Na_2CO_3　　流速：1.0 mL/min
カラム温度：40℃
注入量：50μL
除去液：15mM H_2SO_4，除去液流速：1.0 mL/min
検出：　電気伝導度検出器及び紫外吸光検出器, 210nm

標準品クロマトグラム（電気伝導度検出器）

サンプルのクロマトグラム例（電気伝導度検出器）

５．５．濃度計算方法

検量線を用い試料溶液中のNO_2-量W_s(μg)を求めます。同時に未使用のDSD-TEAサンプラー抽出液中のNO_2-量W_b(μg)をブランクとして求めます。DSD-TEAサンプラーにより実際に捕集されたNO_2-捕集量W(μg)は,

$$W = W_s - W_b$$

W：NO_2捕集量μg
W_s：試料溶液中のNO_2量μg
W_b：ブランク値μg

この捕集量W(μg)より測定場所の濃度$C_{25℃}$（μg/m³）を２５℃換算で次の方法で求めます。

サンプリング時間：ｔ(h)
測定平均温度：T (℃)
DSD-TEA のサンプリング速度：58.1(mL/min)

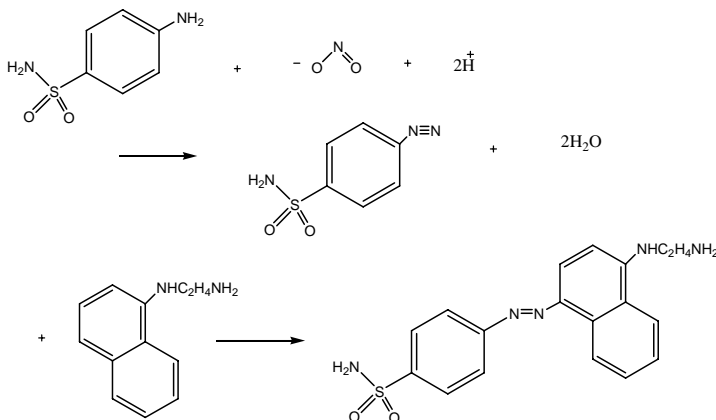
$$C_{25℃} = \frac{W}{t \times 60 \times 58.1 \times 10^{-6}} \times \left(\frac{273.2 + 25}{273.2 + T} \right) \quad (\mu g/m^3)$$

６.ザルツマン法

６．１．原理

亜硝酸イオンが酸性溶液中で芳香族第一アミン（スルファニルアミド，スルァニル酸など）と反応して生ずるアゾ化合物に芳香族アミン類（ナフチルエチレンジアミン，α−ナフチルアミンなど）を加え，カップリングにより生じるジアゾ化合物（赤色）の吸光度を測定する方法です。二酸化窒素を取り込んだシリカゲル又はその水抽出液に発色試薬を加えると，発色試薬成分の一つであるスルファニルアミドH_2N-C_6H_4-SO_2NH_2 と亜硝酸イオンが下記のように反応します。（*p*-ベンゼンスルホンアミドジアゾニウムイオンの生成)。

H_2N-SO_2-C_6H_4-NH_2 ＋ ^-O-N=O ＋ $2H^+$ ⟶ H_2N-SO_2-C_6H_4-$N^+{\equiv}N$ ＋ $2H_2O$

＋ $C_{10}H_7$-$NHC_2H_4NH_2$ ⟶ H_2N-SO_2-C_6H_4-N=N-$C_{10}H_6$-$NHC_2H_4NH_2$

６．２．試薬の調整

(1) 発色溶液の調整

スルファニルアミド 10 g，リン酸 10 mL，*N*-(1-ナフチル)エチレンジアミン二塩酸塩 1 g を純水に溶かし 1 L にします。

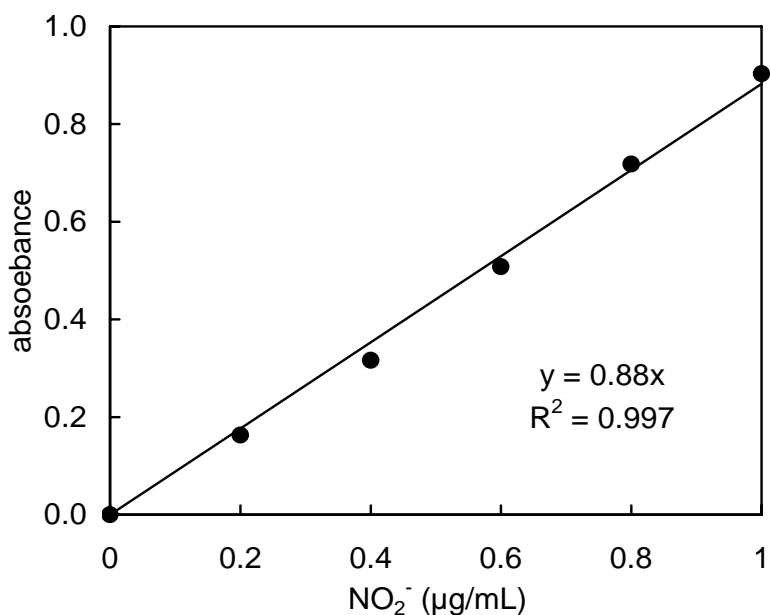
(2) NO_2標準原液(1000μg/mL)調整

105-110℃で 3 時間乾燥した亜硝酸ナトリウム(特級 98.5％) 1.5226 g を精秤し，純水に溶かし 1L にします

(3) NO_2標準溶液(10 μg/mL)の調整

標準原液(1000 μg/mL) 10 mL メスフラスコにとり，純水で 100 mL に定容し 100 μg/mL 溶液を調整します。この溶液から 10 mL を 100 mL スフラスコに分取し，100 mL に定容します。

６．３．検量線の作成

10 mLのメスフラスコにNO_2標準溶液(10 μg/mL) を 0～1 mLの範囲で段階的にとります。　発色溶液で 10 mLに定容した後，よく攪拌し，40 分間放置した後 540 nmで吸光度を測定します。

６．４．抽出方法

抽出方法には，純水で抽出後，発色液を加え反応する方法と発色液で直接抽出させる方法があります。ここでは，発色液で抽出する方法を記載します。

(1) 溶出用チューブからの抽出法

DSD-TEAの拡散フィルター部を上向きにし，拡散フィルターを取り外します。発色液を満たしたシリンジを溶出用チューブに接続します。2 mL/min程度の流速で抽出し，そのNO_2濃度が，上記検量線の濃度範囲になるように，メスフラスコでV_s(mL)に定容します。

(2) バッチ法

DSD-TEAの拡散フィルター部を上向きにし，拡散フィルターを取り外し，溶出用チューブ内の充填剤を 10 mLのバイアルに移します。発色液をNO_2^-濃度が，上記検量線の濃度範囲になるように，加え， １分間振とうします。この時の発色液量をV_s(mL)とします。

６．５．試料溶液の吸光度測定

上記抽出液を４０分静置後,上澄液の吸光度を 540 nm で測定します。

６．６．濃度算出方法

検量線より試料溶液の捕集量Ws（μg）及びDSD-TEAサンプラーブランク値Wb（μg）を求め，実際に捕集されたNO_2^-量W（μg）を算出します。

$$W = Ws - Wb$$

W：ブランクを差し引いたNO_2捕集量（μg）
Ws：試料溶液中のNO_2量（μg）
Wb：ブランク値（μg）

空気中のNO_2濃度算出方法

吸光度法で定量したNO_2^-の重量Z(μg)と暴露時間h(h)及びサンプリング速度：58.1 mL/minから，次式により，測定中の平均温度t℃における空気中の濃度(μg/m³)を 25℃換算で算出します。

空気中濃度(μg/m³)

$$= W(\mu g) / [58.1(mL/min) \times (273+t)/(273+25) \times 60(min/h) \times h(h)] \times 10^6 (mL/m^3)$$

（例）測定時間 24 時間，測定温度 20℃，NO_2^-の実測捕集量が 1μgの場合

NO_2濃度＝　1μg/［58.1 mL/min × (273+20)/(273+25) × 60 min/h × 24h］×10^6 mL/m^3 ≒ 12.1 μg/m^3

7．備品・試薬

品　名	Cat.No.
DSD-TEA サンプラー,10 本入り	28318-U
携帯用ホルダー,10 本入り	28222-U
Lapel クリップ,6 個入り	21019-U
フィーメイルアダプター(5/32″ チューブ用) 20 個入り	28224-U
溶媒用リザーバー 6mL, 30 本入り	57242
DSD-DNPH 用カラーコード,100 個入り	000J004
DL 型バキュームマニホールド 12 検体用	57044
Visi-1 シングル SPE チューブプロセッサー	57080-U